



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) (21) **PI 0501787-4 A**



(22) Data de Depósito: 20/05/2005
(43) Data de Publicação: 16/01/2007
(RPI 1880)

(51) Int. Cl⁷.:
A23L 2/10

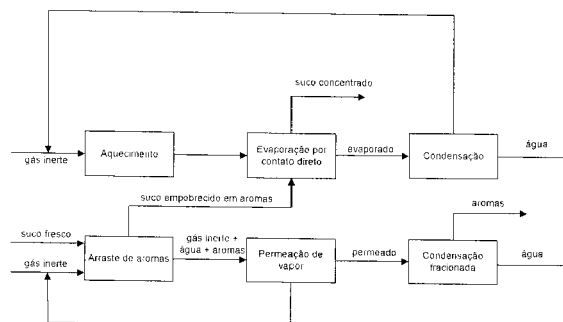
(54) Título: **PROCESSO COMBINADO DE EVAPORAÇÃO POR CONTATO DIRETO E PERMEAÇÃO DE VAPOR PARA TRATAMENTO DE SUCOS DE FRUTAS**

(71) Depositante(s): COPPE/UFRJ-Coordenação dos Programas de Pós Graduação de Engenharia da Universidade Federal do Rio de Janeiro (BR/RJ)

(72) Inventor(es): Paulo Laranjeira da Cunha Lage, Cristiano Piacsek Borges, Cláudio Patrício Ribeiro Junior

(74) Procurador: Joubert Gonçalves de Castro

(57) Resumo: "PROCESSO COMBINADO DE EVAPORAÇÃO POR CONTATO DIRETO E PERMEAÇÃO DE VAPOR PARA TRATAMENTO DE SUCOS DE FRUTAS". Apresenta-se uma rota de processamento em duas etapas para a obtenção de sucos de frutas concentrados com elevados teores de sólidos solúveis e melhores qualidades sensoriais. Na primeira etapa, efetua-se o arraste por gás inerte dos compostos voláteis de aroma do suco e sua subsequente recuperação em um módulo de permeação de vapor com uma membrana organofílica. O suco, desprovido dos compostos voláteis de aroma, segue para a etapa de concentração em um evaporador por contato direto, no qual, basicamente, borbulha-se um gás inerte superaquecido através do suco. Ao final do processo, os aromas recuperados no módulo de membrana podem ser re-adicionados ao suco concentrado para a obtenção do produto final.



“PROCESSO COMBINADO DE EVAPORAÇÃO POR CONTATO DIRETO E PERMEAÇÃO DE VAPOR PARA TRATAMENTO DE SUCOS DE FRUTAS”

CAMPO DA INVENÇÃO

A presente invenção refere-se a uma nova rota para o processamento de sucos de frutas que permite a obtenção de extratos com alto teor de aromas e de sucos concentrados com características organolépticas superiores. A rota é constituída de duas etapas e envolve as técnicas de evaporação por contato direto e permeação de vapor, podendo-se adotar, na última, a condensação fracionada do permeado.

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

Industrialmente, na concentração de sucos de frutas, utiliza-se atualmente a evaporação tradicional para a obtenção dos teores de sólidos desejados (50 – 65 %p/p). Contudo, mesmo com o uso de vácuo, as temperaturas de operação são suficientemente altas para promover a degradação térmica de certos compostos, produzindo alterações indesejáveis de cor e sabor no produto, além de problemas de incrustação nas paredes. Outro problema é a perda dos chamados aromas, compostos orgânicos presentes em concentrações extremamente baixas (da ordem de mg/L ou µg/L) que são os responsáveis pelo odor e sabor característicos de um dado suco. Em virtude de sua alta volatilidade em soluções aquosas, esses compostos transferem-se preferencialmente para a fase vapor durante a evaporação. Devido a sua importância para a qualidade sensorial do produto, estes compostos devem ser recuperados e readicionados ao suco concentrado para que este não perca as características organolépticas do suco original. A recuperação dos aromas após a evaporação é dificultada pelo fato do aroma de um determinado alimento ser o resultado de uma mistura de centenas de substâncias com grandes diferenças de ponto de ebulição, solubilidade e estrutura molecular. Ésteres, álcoois, aldeídos, cetonas, hidrocarbonetos, aminas, mercaptanas, terpenos, éteres, fenóis, ácidos carboxílicos e lactonas representam algumas das classes de substâncias orgânicas associadas ao aroma dos sucos. A complexidade intrínseca do aroma dos sucos inviabiliza

uma reprodução artificial, tornando vital uma etapa de recuperação de aromas, a qual é dificultada pela baixa concentração dos compostos de interesse na corrente a ser tratada e pelo caráter termossensível que muitos destes compostos apresentam.

Estes problemas associados à rota tradicional de concentração de sucos levaram a uma intensa busca de alternativas de processamento. A técnica de osmose inversa, em particular, já foi bastante estudada para a concentração de sucos, existindo um vasto número de trabalhos relativos a este assunto, podendo-se citar, como exemplo, as patentes US 4322448, US 4959237, US 5935630, US 6291000, EP 1222864 e PI 9002699. Neste processo, a água é removida por permeação seletiva através de uma membrana mediante aplicação de um gradiente de pressão. Ainda que a qualidade sensorial do produto final seja superior, uma vez que o processo ocorre a baixas temperaturas, a osmose inversa não é capaz de substituir completamente a evaporação tradicional, visto que o teor máximo de sólidos passível de ser obtido não ultrapassa 30 %p/p devido ao rápido crescimento da pressão osmótica dos sucos com a concentração. A deposição de materiais na superfície da membrana (*fouling*), com conseqüente diminuição do fluxo, também constitui um problema freqüente. Outra técnica muito estudada para a concentração de sucos é a concentração por congelamento, na qual a água é removida na forma de cristais de gelo, conforme detalhado, por exemplo, nas patentes US 4374865 e JP2003265150. Contudo, a concentração por congelamento também não é capaz de substituir completamente a evaporação tradicional, tendo em vista que as dificuldades encontradas na separação dos cristais de gelo limitam o teor máximo de sólidos no concentrado a valores entre 30 e 50 %p/p. Além disto, tanto o investimento inicial quanto os custos de operação são muito maiores que os alusivos à evaporação.

Várias outras técnicas de concentração já foram testadas. Na patente US 4643902, por exemplo, é descrita uma combinação entre ultrafiltração e osmose inversa para concentração de sucos. A patente US 5281430, por sua vez, refere-se a uma célula de permeação para a concentração de sucos de fruta por osmose direta. Há, ainda, as patentes US

6569341 e JP60203173, as quais referem-se respectivamente a processos de destilação osmótica e destilação com membranas para a concentração de sucos. Outras alternativas de concentração já testadas e relatadas na literatura técnica incluem a combinação de evaporação e sublimação (Lowe e King, 1974), o uso de dessecantes (Gandhidasan e Mohammed, 1993), o uso de hidratos gasosos (Purwanto *et al.*, 2001) e a evaporação com membranas (Nii *et al.*, 2002).

A evaporação por contato direto, adotada na presente invenção para a etapa de concentração, é conhecida desde o final do século XIX e foi originalmente desenvolvida para o tratamento de soluções potencialmente incrustantes e/ou corrosivas. A concentração de soluções de ácido sulfúrico e ácido fosfórico, por exemplo, em evaporadores por contato direto é respectivamente descrita nas patentes US 5523518 e GB 1081894. Outras aplicações patenteadas incluem a remoção de poluentes orgânicos de águas subterrâneas, descrita na patente US 5765964, o tratamento de um efluente cáustico de refinarias, descrito na patente US 2004/0040671, e a destruição ou inativação de efluentes industriais e biológicos, considerada na patente US 6857999. No que tange à indústria alimentícia, a patente US 3732911 descreve um processo para recuperação de salmouras usadas no processamento de azeitonas, o qual envolve a concentração em um evaporador por contato direto, a incineração do concentrado, a dissolução do resíduo em água e, por fim, a filtração da solução obtida, a qual constitui a salmoura reconstituída. Na literatura técnica, há trabalhos acerca da utilização da evaporação por contato direto para a concentração de soluções aquosas de proteína de peixe (Luedicke *et al.*, 1979), proteínas do soro de leite (Lovellsmith, 1982) e leite integral (Zaida *et al.*, 1986). Contudo, não foi encontrado nenhum relato referente à aplicação desta técnica na concentração de sucos de frutas.

No tocante à recuperação dos aromas, os processos tradicionais, como os considerados nas patentes US 3061448 e PI 7406251, envolvem as técnicas de destilação e/ou condensação parcial. Em virtude da alta diluição dos componentes de interesse na corrente de alimentação, essas unidades de recuperação são relativamente complexas. A operação deve, em geral, ser

conduzida a vácuo para minimizar a degradação térmica dos compostos. Todavia, com o uso do vácuo, há uma tendência de enriquecimento, na solução final, dos compostos menos voláteis em detrimento dos mais voláteis, os quais são facilmente perdidos para o ambiente por arraste com os gases não-condensáveis, fazendo com que o concentrado de aroma obtido não reproduza adequadamente as características organolépticas do suco original. Na destilação, especificamente, a possibilidade de formação de azeótropos representa um problema adicional.

A grande maioria dos estudos de alternativas para a recuperação concentra-se na pervaporação, uma técnica já utilizada industrialmente para a secagem de solventes orgânicos e o tratamento de efluentes. Neste processo, uma mistura líquida é separada mediante permeação seletiva através de uma membrana densa, podendo-se tratar tanto o suco antes da concentração quanto o condensado dos evaporadores. Há vários estudos disponíveis na literatura técnica sobre o assunto, incluindo relatos de testes efetuados em escala piloto (Alvarez *et al.*, 2000; Kattenberg e Willensen, 2002) e algumas patentes, como, por exemplo, a US 6506433, que descreve um processo para a fabricação de concentrados de aroma de cacau. Todavia, a técnica é limitada com frequência pela resistência à transferência de massa na fase líquida, o chamado fenômeno de polarização de concentração, o qual reduz consideravelmente tanto o fluxo quanto a seletividade das membranas.

Na presente invenção adota-se, para a recuperação de aromas, a permeação de vapor. Semelhante à pervaporação, a permeação de vapor compartilha suas vantagens sem, contudo, ser tão sensível ao fenômeno de polarização de concentração, além de não ser afetada pelo fenômeno de polarização de temperatura, o qual também pode limitar os fluxos na pervaporação. Industrialmente, a permeação de vapor já é utilizada para a desidratação de solventes orgânicos. Patentes relativas a esta técnica referem-se principalmente a essa aplicação (US 6059857 e US 5248427) e ao desenvolvimento de novas membranas, tanto hidrofílicas (US 5849195) quanto hidrofóbicas (US 6383386). Há, também, patentes descrevendo modificações de projetos nos módulos de permeação, como, por exemplo, a US 5779897 e a

US 5161611. A eficiência da permeação de vapor para a recuperação seletiva de compostos orgânicos a partir de soluções gasosas diluídas encontra-se bem comprovada na literatura técnica, podendo-se citar, por exemplo, os trabalhos de Deng *et al.* (1995) e Gales *et al.* (2002), bem como a patente DE 4437892.

5 Entretanto, em nenhum relato, observa-se a percepção das vantagens intrínsecas desta técnica para o processamento de sucos de frutas.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

A presente invenção visa a permitir a obtenção de extratos com alto teor de aromas e de sucos de frutas concentrados com características
10 organolépticas superiores a partir de uma nova rota de processamento em duas etapas, na qual combinam-se as vantagens intrínsecas das técnicas de evaporação por contato direto e permeação de vapor.

Na primeira etapa, efetua-se o arraste por gás inerte dos aromas do suco em questão e a subsequente recuperação destes por permeação de vapor em um módulo com uma membrana organoseletiva, obtendo-se um
15 extrato com alto teor de aromas. Em seguida, o suco desprovido de aromas é concentrado em evaporadores por contato direto, podendo-se operar a pressão atmosférica ou à vácuo, dependendo da máxima temperatura de operação desejada. No final da concentração, um suco concentrado com características
20 organolépticas superiores é obtido por adição, ao suco concentrado, do extrato de aromas recuperado na permeação de vapor.

BREVE DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

Figura 1: Diagrama de blocos da rota proposta para processamento de sucos.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

25 O processo desta invenção aplica-se genericamente a qualquer suco de fruta, permitindo a obtenção de sucos concentrados com elevados teores de sólidos solúveis e características organolépticas superiores.

Conforme mostrado na Figura 1, o suco fresco passa inicialmente
30 por uma etapa de arraste dos aromas por gás inerte. Nesta etapa, mediante o contato entre o suco e um gás de arraste, os compostos de aromas que são altamente voláteis em solução aquosa transferem-se para a fase gasosa. Esta

operação de transferência de massa pode ser efetuada tanto em torres de recheio quanto em colunas de borbulhamento. Devido à sua simplicidade de construção, versatilidade de operação e à possibilidade de obtenção de elevadas áreas interfaciais, as colunas de borbulhamento, em particular, são particularmente atrativas para a realização do arraste dos aromas por gás inerte. Nestes equipamentos, o gás é disperso na forma de bolhas através da fase líquida de interesse contida em uma coluna cilíndrica. As bolhas são formadas no chamado distribuidor, localizado na base do equipamento. Em geral, placas perfuradas ou feixes de tubos perfurados são os distribuidores mais utilizados.

A primeira vista, ar atmosférico seria a escolha natural para o gás inerte no processo, em virtude da minimização de custos. Todavia, devido à presença de oxigênio, deve-se levar em consideração a possibilidade de perda, por oxidação, de nutrientes presentes nos sucos. Esta questão torna-se decisiva, por exemplo, no caso, das frutas cítricas, como a laranja, cujos sucos contém um elevado teor de vitamina C. Conseqüentemente, a fim de manter as características nutricionais dos sucos durante o arraste dos aromas, deve-se trabalhar com uma corrente de gás inerte livre de oxigênio, mantida em circuito fechado para redução de custos. O gás inerte mais adequado do ponto de vista econômico é o nitrogênio.

O aroma dos sucos é constituído, em sua grande maioria, por compostos orgânicos hidrofóbicos, com elevado coeficiente de atividade em solução aquosa. Conseqüentemente, o arraste dos aromas pode ser conduzido a temperatura ambiente, sobretudo em uma coluna de borbulhamento, em virtude da elevada área interfacial passível de ser obtida. Mantendo-se todas as demais condições de operação constantes, um aumento na temperatura de alimentação do gás inerte certamente levará a uma maior eficiência de arraste, permitindo, por exemplo, a redução da altura da coluna de borbulhamento. Todavia, muitos dos compostos representativos de aromas são termossensíveis, de modo que a maior eficiência da operação não-isotérmica durante a etapa de arraste pode estar associada à uma diminuição da qualidade sensorial do produto final, não sendo, em geral, recomendada.

Ao final da etapa de arraste, obtém-se um suco empobrecido em aromas, o qual segue para a concentração, e uma corrente gasosa contendo os aromas removidos, juntamente com uma pequena quantidade de água vaporizada no processo. Esta última corrente alimenta a unidade de permeação de vapor. No processo de permeação de vapor, os componentes da corrente de alimentação são separados mediante permeação seletiva através de uma membrana, obtendo-se duas novas correntes: o permeado, rico nos componentes que passam preferencialmente pela membrana; e o retido ou concentrado, no qual os componentes retidos preferencialmente pela membrana encontram-se em maior concentração.

Para a aplicação em questão, deseja-se a permeação dos aromas em detrimento da água e do gás inerte, de modo que a separação deve ser feita por afinidade química e não por tamanho, o que implica o uso de membranas densas. Tendo em vista que a resistência ao transporte difusivo em uma membrana densa é inversamente proporcional à espessura desta, a fim de se obter altos fluxos e, ao mesmo tempo, não comprometer a seletividade e a resistência mecânica, devem ser utilizadas membranas anisotrópicas. Nestas, a região densa, responsável pela separação, restringe-se a uma diminuta camada, com espessura geralmente inferior a 10 μm , denominada pele, a qual é suportada por uma região porosa denominada substrato, responsável pela resistência mecânica da estrutura. Em geral, utilizam-se materiais distintos no preparo de cada região, obtendo-se as chamadas membranas anisotrópicas compostas. Para a recuperação de aromas, o material mais utilizado na confecção da pele é o poli(dimetil siloxano), PDMS. Outros materiais, no entanto, podem também ser empregados, como, por exemplo, o poli(octil metil siloxano), POMS, a poli(éter-b-amida), PEBA, e o terpolímero (etileno-propileno-dieno), EPDM.

Para efetuar a permeação de vapor, as membranas podem ser planas ou do tipo fibra-oca, sendo a última geometria mais adequada por permitir a obtenção de módulos com uma maior densidade de empacotamento, isto é, uma maior razão entre a área total de membrana e o volume do módulo. Em um módulo tipo fibra-oca, as fibras são montadas em paralelo no interior de

uma carcaça cilíndrica, de forma idêntica ao espelho de tubos de um trocador casco-e-tubos. Quando a pele encontra-se na parede externa da fibra, a alimentação escoar na carcaça, ao passo que, para fibras com pele na parede interna, a alimentação deve escoar pelo interior das fibras. Esta última

5 configuração é mais adequada pois elimina a necessidade de um projeto sofisticado para eliminação de regiões com baixa circulação de gás na carcaça. Qualquer que seja a configuração de alimentação, os aromas permeiam através da membrana em direção ao lado do permeado devido a uma diferença de pressão parcial destes componentes entre os dois lados da membrana.

10 Essa diferença de pressão parcial é garantida pela manutenção de vácuo no lado do permeado com o auxílio de uma bomba. A pressão no lado do permeado pode variar na faixa de 0,1 a 100 kPa, operando-se preferencialmente na faixa de 0,4 a 50 kPa. Durante o processo, uma parte da água e do próprio gás inerte também é transferida para o permeado já que o

15 gradiente de pressão parcial existe para todos os componentes. Utilizando-se um material altamente seletivo para os aromas na confecção da pele da membrana, a quantidade de gás inerte perdida para o permeado será pequena. Por outro lado, utilizando-se uma área adequada de membrana, pode-se alcançar um grau de recuperação de aromas da ordem de 98 %, como

20 mostrado mais adiante nos exemplos. Conseqüentemente, a corrente de retido que deixa o módulo de permeação de vapor pode ser reciclada no processo, sendo novamente utilizada na etapa de arraste dos aromas.

Para recuperação dos aromas, a corrente de permeado que deixa o módulo passa por uma etapa de condensação. Como os aromas são, em

25 geral, compostos pouco solúveis em água, a utilização de um único condensador resultará na obtenção de duas fases líquidas: uma aquosa, saturada com os aromas, a qual pode ser realimentada na etapa de arraste de aromas, e outra orgânica, o concentrado de aromas propriamente dito, o qual encontrar-se-á saturado com água. De forma alternativa, pode-se trabalhar

30 com um sistema de condensação fracionada. Neste caso, o permeado passa por, no mínimo, dois condensadores operando a temperaturas distintas que dependem do vácuo aplicado no lado do permeado. No primeiro, o qual opera

a uma maior temperatura, na faixa de 5 a -30°C , ocorre a coleta da água, sendo os aromas, juntamente com alguma água residual, coletados no segundo condensador, operando a uma temperatura na faixa de -20 a -120°C . Ainda que os aromas permeiem preferencialmente, sua concentração total nos
5 sucos é da ordem de 200 – 500 mg/L, de forma que a água ainda é o principal componente na corrente de permeado. Conseqüentemente, a principal vantagem do sistema de condensação fracionada é a economia de energia, uma vez que o principal componente é condensado a uma temperatura mais alta.

10 É importante ressaltar que, além de sua alta seletividade, eficiência e possibilidade de operação a temperatura ambiente, este processo combinado de arraste com gás inerte e permeação de vapor possui a vantagem adicional de eliminação de problemas de entupimento do módulo de membrana pelas partículas em suspensão presentes em muitos sucos de fruta.

15 A vazão de gás inerte alimentada é uma variável operacional extremamente importante no processo. Utilizando-se uma coluna de borbulhamento para a etapa de aromas, desde que opere-se no regime homogêneo de borbulhamento, o aumento da vazão de gás leva a um aumento da taxa de extração dos aromas. Entretanto, no módulo de permeação de
20 vapor, mantidas todas as demais variáveis fixas, o aumento da vazão de alimentação produz uma queda no grau de recuperação dos compostos devido à diminuição do tempo de residência da corrente no módulo.

O suco empobrecido em aromas que deixa a etapa de arraste é enviado para concentração no evaporador por contato direto. Em um
25 evaporador por contato direto, não há paredes intermediárias separando o fluido de aquecimento e a solução que se deseja concentrar, de modo que a transferência de calor e massa ocorre mediante mistura direta destas correntes. Para o processo em questão, um gás inerte superaquecido é empregado como fluido de aquecimento para promover a concentração do
30 suco, no qual é disperso sob a forma de bolhas. O evaporador pode ser descrito, portanto, como uma coluna de borbulhamento não-isotérmica.

A ausência de superfícies calefadoras confere aos evaporadores por contato direto uma série de vantagens em relação aos equipamentos tradicionais do tipo casco-e-tubo atualmente adotados na indústria para concentração de sucos. Em primeiro lugar, como não há a resistência
5 concorrente às paredes, verifica-se uma maior eficiência de transmissão de calor, cujos valores típicos são da ordem de 95%. Essa elevada eficiência é facilmente evidenciada pela diferença de temperatura entre o líquido e o gás na saída do equipamento, a qual, em geral, varia de 2 a 5°C. Por outro lado, não há qualquer problema de redução gradual da eficiência de troca térmica em
10 virtude de incrustações ou corrosão, o que justifica o fato destes equipamentos terem sido originalmente desenvolvidos para a concentração de soluções corrosivas e/ou incrustantes. Além disto, o equipamento é mais compacto e de simples construção, com custos fixo e de manutenção consideravelmente menores. Esta maior simplicidade, por sua vez, reduz a possibilidade de falhas
15 na operação e, ainda, diminui o tempo de parada para limpeza e manutenção do equipamento.

Duas características tornam a evaporação por contato direto particularmente atraente para a concentração de termolábeis. Primeiro, a vigorosa agitação resultante do borbulhamento, a qual mantém uma
20 temperatura uniforme em toda a solução, eliminando possíveis pontos de superaquecimento e, segundo, o fato da vaporização do solvente ocorrer geralmente a temperaturas de 10 a 30°C inferiores ao seu ponto de ebulição para a pressão de operação, já que os gases não-condensáveis representam grande parte do conteúdo total da bolha e, portanto, a pressão parcial do vapor
25 do solvente é menor do que a pressão total do sistema.

Pelo mesmo motivo ressaltado anteriormente para a etapa de arraste de aromas, o nitrogênio é o gás inerte mais adequado para o processo. Este gás deve ser previamente aquecido antes de ser alimentado no evaporador. Para esta etapa de aquecimento, podem ser utilizados, por
30 exemplo, vapor superaquecido e trocadores de calor de alta eficiência com tubos aletados, semelhantes aos utilizados na indústria de laticínios para o aquecimento do ar que alimenta os secadores por atomização (*spray dryers*)

durante a produção de leite em pó. Após a condensação da água evaporada, o gás inerte pode ser reciclado no processo, com conseqüente redução de custos.

Devido à baixa capacidade calorífica dos gases em comparação à da água, temperaturas de alimentação de gás inerte da ordem de 200 – 400°C devem ser utilizadas para a obtenção de taxas de vaporização compatíveis com as necessidades industriais. Deve-se ressaltar, contudo, que estes valores aparentemente impraticáveis para o processamento de produtos termossensíveis como os sucos de frutas não produzirão alterações indesejáveis nas características organolépticas do produto final. Isto porque os processos de transferência de calor e massa durante a etapa de formação das bolhas são extremamente eficientes e, por conseguinte, a temperatura do gás cai muito rapidamente. Com o auxílio de modelos matemáticos, Rodrigues *et al.* (2004) demonstraram, por exemplo, que durante o borbulhamento de ar a 300°C em água a 25°C, a temperatura média das bolhas se reduz a menos de 76°C num intervalo de apenas 0,067 s.

Dependendo da quantidade de suco de fruta a ser concentrada e do teor de sólidos desejado, pode-se operar com um ou vários estágios de concentração. A etapa deve preferencialmente ser efetuada a vácuo, para garantir uma baixa temperatura de operação. A pressão de operação no evaporador pode variar de 1 a 120 kPa, localizando-se, preferencialmente, entre 10 e 80 kPa. Devido à presença dos gases não condensáveis no evaporado, uma dada temperatura de operação é obtida com um menor grau de vácuo em relação aos evaporadores tradicionais, o que resultará em menores custos operacionais. Estimativas teóricas indicam que, para uma pressão de operação de 14 kPa, a temperatura de operação do suco não ultrapassará 30°C, enquanto que, no caso do suco de laranja, temperaturas da ordem de 40°C são obtidas no último efeito industrial para uma pressão de 10 kPa.

O limite atual de concentração de sólidos passível de ser obtido nos evaporadores tradicionais no caso dos sucos de frutas é da ordem de 65 %p/p, devido aos problemas ocasionados pelo grande aumento de viscosidade.

Por outro lado, no caso da evaporação por contato direto, este limite pode ser facilmente ultrapassado em virtude da alta eficiência do equipamento. Na verdade, esta técnica já foi inclusive utilizada para concentração de soluções até seu ponto de saturação, com a conseqüente precipitação do soluto e remoção deste na região inferior do equipamento. Sucos concentrados com teores de sólidos superiores a 65 %p/p constituem uma alternativa interessante para a indústria, permitindo a redução dos custos de armazenagem e transporte. A elevação da concentração de sólidos de 65 para 72 %p/p, por exemplo, permitiria um aumento de 14 % na capacidade de armazenagem e transporte das unidades já existentes. Como mostrado mais adiante nos exemplos, partindo-se de um suco com 11 % p/p de sólidos, obteve-se um concentrado com um teor final de sólidos igual a 77 %p/p sem qualquer queda na taxa de vaporização, cujo valor foi igual, dentro da margem de erro dos dados experimentais, ao obtido em ensaios com água destilada para a mesma vazão de gás. Provavelmente, com a adoção da evaporação por contato direto para a etapa de concentração, questões relativas ao bombeamento também deverão ser consideradas para se estabelecer a concentração de sólidos do produto final, uma vez um concentrado muito viscoso pode elevar os custos de transporte.

Ao final do processo, se desejado, o concentrado de aromas obtido no módulo de permeação de vapor é adicionado ao suco concentrado, fornecendo o produto final a ser transportado para posterior reconstituição do suco de fruta mediante adição de água.

EXEMPLOS

Exemplo 1

Um suco sintético constituído por uma solução aquosa de sacarose (11,2 %p/p) e acetato de etila (1000 mg/L) foi tratado de acordo com a rota desta invenção, utilizando-se uma coluna de borbulhamento para a realização da etapa de arraste de aromas. Esta coluna, bem como o evaporador por contato direto, apresentavam um diâmetro interno de 7,3 cm. Para a permeação de vapor, adotou-se um módulo do tipo fibra-oca, com 40 mm de diâmetro externo, contendo membranas de silicone (PDMS) com uma

área efetiva de permeação igual a $0,36 \text{ m}^2$. Ar atmosférico seco (ponto de orvalho a 0°C) foi empregado como gás inerte.

Na etapa de extração e recuperação dos aromas, foram testadas três velocidades superficiais de gás distintas. Os resultados obtidos (Tabela 1) indicam a adequação da rota proposta, obtendo-se, mediante ajuste adequado da velocidade superficial de gás, um grau de recuperação de até 98% para o composto de interesse. Para os três casos, a fração mássica do acetato de etila no permeado foi sempre superior a 0,53, o que comprova a seletividade da membrana utilizada.

Tabela 1 – Grau de recuperação (GR) do acetato de etila no módulo de permeação de vapor para três velocidades superficiais distintas.

$u_G \text{ (cm/s)}$	GR (%)
0,8	98,0
1,6	86,0
2,0	75,1

Com relação à etapa de concentração, trabalhou-se com uma velocidade superficial de gás igual a $12,1 \text{ cm/s}$ e uma temperatura de entrada do gás igual a 300°C . Como distribuidor, empregou-se uma placa perfurada com 88 orifícios de $0,4 \text{ mm}$ de diâmetro. Operando-se a uma pressão de 119 kPa , foi possível obter, no evaporador por contato direto, um concentrado com 69 \%p/p de sacarose, com a temperatura da solução sempre inferior a 69°C . A taxa de vaporização média obtida, referente à área transversal da coluna, foi de $74 \text{ kg m}^{-2} \text{ h}^{-1}$.

Exemplo 2

Um suco sintético constituído por uma solução aquosa de sacarose ($11,2 \text{ \%p/p}$), acetato de etila (1000 mg/L) e butirato de etila (1000 mg/L) foi processado de acordo com a rota proposta. A unidade experimental

utilizada para a condução do ensaio foi a mesma anteriormente descrita no Exemplo 1.

Para a etapa de arraste e recuperação dos aromas, trabalhou-se com uma velocidade superficial de gás igual a 0,8 cm/s. A eficiência de remoção dos dois compostos na coluna de borbulhamento foi superior a 97%, ao passo que um grau de recuperação da ordem de 99% foi verificado para ambos os ésteres. Os fluxos médios de acetato e butirato de etila, normalizados em função da espessura da pele da membrana, foram respectivamente iguais a 14 e 19 kg m⁻³ h⁻¹.

Na etapa de concentração, foi adotada uma velocidade superficial de gás igual a 6,5 cm/s, sendo o ar alimentado no evaporador a uma temperatura de 260°C. A pressão de operação utilizada foi de 104 kPa. Nestas condições, a temperatura da solução não ultrapassou 67°C, obtendo-se uma solução final com concentração de sacarose igual a 77 %p/p, um valor 18% superior ao valor limite associado aos evaporadores tradicionais tipo casco-e-tubo para sucos de fruta. Estes resultados indicam claramente as vantagens oferecidas pela evaporação por contato direto para a concentração de sucos, com uma redução de mais de 30°C na temperatura de ebulição do solvente e a possibilidade de obtenção de elevadas concentrações de sólidos. A taxa de vaporização média de água por unidade de área de borbulhamento foi igual a 37 kg m⁻² h⁻¹, um valor que não sofreu nenhuma queda sistemática com o significativo aumento da viscosidade da solução em processamento. Na verdade, este mesmo valor médio foi obtido em um teste efetuado para o processamento de água destilada nas mesmas condições operacionais, indicando a alta eficiência de transferência de calor no equipamento.

Exemplo 3

A rota proposta foi utilizada para o processamento de suco de laranja fresco com um teor total de sólidos igual a 11,2°Brix. A unidade experimental utilizada para a condução do ensaio foi a mesma anteriormente descrita no Exemplo 1. Como gás inerte, neste caso, adotou-se nitrogênio.

O grau de recuperação de aromas, medido em termos do acetato de etila, foi igual a 98%, para uma velocidade superficial de gás de 0,8 cm/s na

coluna de borbulhamento. Na etapa de concentração, trabalhou-se a uma pressão de 21 kPa e a temperatura do líquido não ultrapassou 32°C. A velocidade superficial de gás adotada nesta etapa foi de 6,5 cm/s, obtendo-se um suco concentrado com teor de sólidos dissolvidos igual a 77°Brix.

- 5 Uma análise sensorial foi conduzida com o suco reconstituído a partir dos concentrados de suco e aromas obtidos, sendo constatadas características organolépticas superiores às relativas aos sucos reconstituídos disponíveis no mercado.

REIVINDICAÇÕES

1. PROCESSO COMBINADO DE EVAPORAÇÃO POR CONTATO DIRETO E PERMEAÇÃO DE VAPOR PARA TRATAMENTO DE SUCOS DE FRUTAS caracterizado pela inclusão de, no mínimo, uma das

5 seguintes etapas:

(i) arraste por gás inerte dos aromas voláteis e subsequente recuperação destes pela técnica de permeação de vapor, operando-se com uma pressão no lado do permeado compreendida na faixa de 0,1 a 100 kPa, preferencialmente entre 0,4 e 50 kPa;

10 (ii) concentração do suco pela técnica de evaporação por contato direto, com uma pressão de operação compreendida na faixa de 1,0 a 120 kPa, preferencialmente entre 10 e 80 kPa.

2. O PROCESSO de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pela inclusão de uma etapa de clarificação do suco anterior à

15 concentração.

3. O PROCESSO de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pela inclusão de uma etapa de clarificação do suco anterior ao arraste dos aromas.

4. O PROCESSO de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pela inclusão de uma etapa de condensação fracionada do permeado após a etapa de arraste dos aromas voláteis por gás inerte e sua subsequente recuperação pela técnica de permeação de vapor.

20

5. O PROCESSO de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo esgotamento dos aromas voláteis do suco com recuperação

destes por permeação de vapor e pela concentração do suco empobrecido em aromas pela técnica de evaporação tradicional.

6. O PROCESSO de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pela concentração do suco fresco pela técnica de evaporação por contato direto e posterior recuperação dos aromas a partir da corrente do evaporado.

7. O PROCESSO de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pela para recuperação dos aromas a partir da corrente do evaporado por permeação de vapor.

8. O PROCESSO de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pela concentração do suco fresco pela técnica de evaporação por contato direto e posterior recuperação dos aromas a partir do condensado dos evaporadores utilizando-se a técnica de pervaporação.

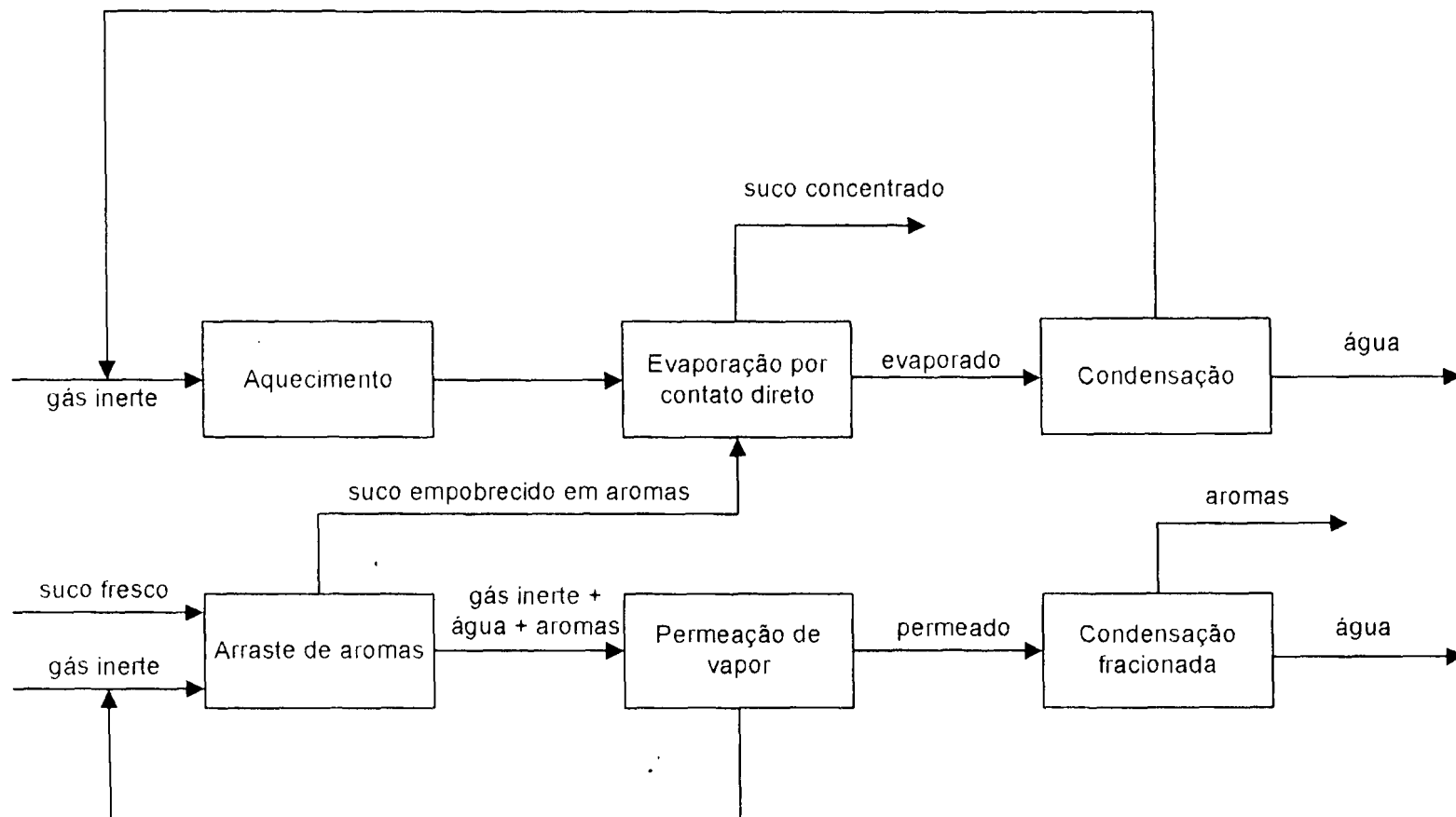
9. O PROCESSO de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pela inclusão de uma etapa de condensação parcial do permeado com pelo menos duas temperaturas de operação distintas, na faixa de 5 a -120°C , dependendo da pressão de operação do permeado.

10. O PROCESSO de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pela inclusão de uma etapa de clãrificação do suco anterior à concentração deste.

11. O PROCESSO de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pela remoção dos aromas do suco fresco por pervaporação e posterior concentração, pela técnica de evaporação por contato direto, do suco obtido.

12. O PROCESSO de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pela inclusão de uma etapa de clarificação do suco anterior à remoção dos aromas por pervaporação.

FIG.1



FIGURAS

RESUMO

PROCESSO COMBINADO DE EVAPORAÇÃO POR CONTATO DIRETO E PERMEAÇÃO DE VAPOR PARA TRATAMENTO DE SUCOS DE FRUTAS

Apresenta-se uma rota de processamento em duas etapas para a obtenção de sucos de frutas concentrados com elevados teores de sólidos solúveis e melhores qualidades sensoriais. Na primeira etapa, efetua-se o arraste por gás inerte dos compostos voláteis de aroma do suco e sua subsequente recuperação em um módulo de permeação de vapor com uma membrana organofílica. O suco, desprovido dos compostos voláteis de aroma, segue para a etapa de concentração em um evaporador por contato direto, no qual, basicamente, borbulha-se um gás inerte superaquecido através do suco. Ao final do processo, os aromas recuperados no módulo de membrana podem ser re-adicionados ao suco concentrado para a obtenção do produto final.